

This Page Is Inserted by IFW Operations  
and is not a part of the Official Record

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning documents *will not* correct images,  
please do not report the images to the  
Image Problem Mailbox.**



**SUOMI-FINLAND**  
**(FI)**

Patentti- ja rekisterihallitus  
Patent- och registerstyrelsen

[B] (11) **KUULUTUSJULKAISU**  
**UTLÄGGNINGSSKRIFT 63614**

C (45) Patentti myönnetty 11 07 1983  
Patent meddelat

(51) Kv.lk.<sup>3</sup>/Int.Cl.<sup>3</sup> D 21 H 1/22

(21) Patentihakemus — Patentansökan	793370
(22) Hakemispäivä — Ansökningsdag	29.10.79
(23) Alkupäivä — Giltighetsdag	29.10.79
(41) Tulut julkaistut — Blivt offentlig	01.05.80
(44) Nähtävöksiäminen ja kuul.julkaisu pvm. — Ansökan utlagd och utskriften publicerad	31.03.83

(32)(33)(31) Pyydetty etuoikeus — Begärd prioritet 30.10.78  
Ranska-Frankrike(FR) 7830723 Toteennäytetty-  
Styrkt

- (71) Omya S.A., 35 Quai André Citroën, F-75725 Paris, Ranska-Frankrike(FR)  
(72) Pierre Delfosse, Paris, Ranska-Frankrike(FR),  
Dieter Strauch, Zofingen, Sveitsi-Schweiz(CH)  
(74) Leitzinger Oy  
(54) Paperinsivelymassat, joilla on korkea kuiva-ainekonsentraatio -  
Pappersbeströkningsmassor med hög torrsbstanskonsentration

Oheisen keksinnön kohteena on kaksi uutta paperinsivelymassaa,  
joilla on korkea kuiva-ainekonsentraatio (high-solid-coatings).

Ilmaisu "high-solid-coatings" tarkoitetaan paperinsivelymassoja,  
joiden pigmenttikonsentraatio on yli 70 painoprosenttia, joita mas-  
soja käytetään paperinsivelytekniikassa.

"High-solid-coatings"-massat ovat tunnettuja. Tosin tunnettuja  
"high-solid-coatings"-massoja ei käytännössä ole tuskin lainkaan  
käytetty, koska niillä on merkittäviä haittoja, erityisesti liian  
korkea viskositeetti. Sitä paitsi niiden käytössä esiintyy sively-  
vaikeuksia. Nämä haitat voivat erityisesti johtua siitä, että  
tähän mennessä näissä sivelymassoissa (päälystysmassoissa) käytetyt  
pigmentit sisältävät liian suuren konsentraation erittäin hienoja  
hiukkasia, so. pienempiä hiukkasia kuin 0,2  $\mu$ m.

Sivelyjen paperien valmistamiseen tavallisilla päälystysseoksilla  
vast. -massoilla kuivan pigmentin tavallisessa 58-60 % konsentraa-  
tiossa käytetään yleensä pigmenttinä kaoliinijauhetta, jolla on seura-

- raavat ominaisuudet: Erinomainen valkoiseksi värjäävä kyky, suuri hienous (hiukkasista 80 % on pienempiä kuin 2  $\mu$ m), suuri peittämis-kyky, hyvä painettavuus kalanteroidulle tai kalanteroimattomalle kerrokselle.

Kaoliinin, jonka pinta/paksuus-suhde amerikkalaisessa kaoliinissa on 4 - 8:1 ja englantilaisessa kaoliinissa 14 - 20:1, lamellimaisella rakenteella on positiivinen vaikutus sivelypaperin kiiltoon.

Kaoliinin lisäksi käytetään kuitenkin myös muita pigmenttejä, kuten satiinivalkoista ja ennen kaikkea erilaatuisia luonnon kalsiumkarbonaatteja (liitu, kalsiitti (kalkkisälpä), marmori) tai teollisia kalsiumkarbonaatteja (saostettu kalsiumkarbonaatti, jota yleensä saadaan antamalla hiilidioksidin vaikuttaa kalkkimaitoon). Näillä pigmenteillä, jotka eivät ole kaoliinia, täytyy olla kaksi perusominaisuutta: Hyvä hienous (hiukkasista vähintään 70 % on oltava pienempiä kuin 2  $\mu$ m) ja hyvä kyky värjätä valkoiseksi. Hienous ja kyky värjätä valkoiseksi eivät kuitenkaan vielä riitä antamaan sivelylle paperille tyydyttävää kiiltoa lopullisessa painatuksessa typografia- tai offsetmenetelmällä.

Sen vuoksi saattoi S R Dennison, Tappi 78 (Technical Association of Pulp and Paper Industry'n vuosikongressi) (sivut 95-103) tulla esitelmässään, jonka otsake oli "Le développement d'un carbonate de calcium fin pour le couchage du papier", tulla lopputulokseen. Selvää oli, että ei edes erittäin hienoa kalsiumkarbonaattia voida käyttää ainoana pigmenttinä kiiltävässä, sivelyssä paperissa. Tätä ei ole todellisuudessa koskaan odotettu".

Seuraavassa taulukossa on esitetty vertailutulokset, jotka tekniikan tasolla on saavutettu massoilla, jotka sisältävät 58 % kuiva-ainetta, nimittäin joko kaoliinia tai luonnon kalsiumkarbonaattia. Massa sisälsi ainesosina 100 paino-osaa pigmenttiä kohti 14 paino-osaa styreeniakrylaattilatesia ja 0,5 paino-osaa karboksimeetyylisellulosa.

Taulukko 1

	Kaoliini	Kalsiumkarbonaatti		
		1	2	3
A/ - <u>Pigmenttien ja sivelymassan ominaisuudet</u>				
% alle 2 $\mu\text{m}$				
kaoliini	75	-	-	-
luonnon $\text{CaCO}_3$	-	90	89	70
Pigmentti (paino-osaa sivelymassassa)				
kaoliini	100	0	0	0
luonnon $\text{CaCO}_3$	0	100	100	100
Sivelymassan viskositeetti ( $\text{mPas}$ , 100 r/min)	00	200	200	160
B/ - <u>Sivellyn paperin ominaisuudet</u>				
Tappi - kiilto ( $75^\circ$ - $75^\circ$ ), % sen jälkeen, kun tasapainoitettu 50 % suht. ilmankosteudessa ja $23^\circ\text{C}$ :ssa superkalanteri: 10 valssia 200 m/min viivapaine 1470 N/cm valssin lämpötila $60^\circ\text{C}$	51	31	35	24
Tappi - painokiilto, % tasapainottamisen (kts. edellä) jälkeen levitysmäärä: 1,2 $\text{g/m}^2$ , punainen	67	55	57	45

Tunnetaan myös sivelymassoja, jotka samanaikaisesti sisältävät kaoliinia ja kalsiumkarbonaattia ja joiden kalsiumkarbonaatti osaltaan parantaa tiettyjä paperin ominaisuuksia ja alentaa valmistuskustannuksia. Kuten odottaa saattaakin, karbonaattipitoisuuden kasvaessa huononee tunnetulla menetelmällä saadun sivellyn paperin kiilto. Käytännössä voidaan todeta, että kalsiumkarbonaatin suurin hyväksytävä määrä on 30 osaa 70 osaa kaoliinia kohti.

63614

Seuraavassa taulukossa 2 on esitetty ranskalaisen patenttijulkaisun 73 34 897 mukaisesti saadut tulokset käytettäessä erittäin hienoa  $\text{CaCO}_3$ -pigmenttiä, jonka tilastollinen keskimääräinen halkaisija on  $0,5 - 0,9 \mu\text{m}$  ja ominaispinta-ala  $12 \text{ m}^2/\text{g}$ , kaoliinin käyttöön verrattuna. Päällvstyys tapahtuu raakelilla, määrä  $12 \text{ g/m}^2$ , nopeus  $800 \text{ m/min}$ , minkä jälkeen kalanteroidaan 12 valssia sisältävällä koneella.

Taulukko 2

Näyte n:o	1	2	3	4	5
A/ - <u>Päällvstyysmassan koostumus</u>					
kaoliini, painoprosenttia	100	0	0	70	70
luonnon kalsiumkarbonaatti, painoprosenttia (hiukkasista 35 % pienempiä kuin $2 \mu\text{m}$ )	0	100	0	30	0
hienojakoinen luonnon kalsiumkarbonaatti (hiukkasista 80 % pienempiä kuin $2 \mu\text{m}$ )	0	0	100	0	30
Na-polyakrylaatti (dispergointiaine)	0,3	0,4	0,4	0,4	0,4
styreeniakrylaatti-lateksi	12	12	12	12	12
B/ - <u>Saadun sivellyn paperin</u>					
pintapaino, $\text{g/m}^2$	92	92	92	92	92
Tappi - kiilto, %	62	19	56	38	60
painokiilto, kun painoväriä $1,2 \text{ g/m}^2$ , %	80	25	77	59	79

Kiillon parantamiseksi tunnetaan menetelmiä, joissa käytetään sivelymassassa suurempia pigmenttikonsentraatioita (näitä kutsutaan menetelmiksi, joissa on korkeampi kuiva-ainekonsentraatio, eli HCS-menetelmiksi). Tällöin käytetään pienimpänä konsentraationa 70 % pigmenttiä sivelymassassa. Näillä HCS-menetelmillä on kuitenkin tiettyjä vaikeuksia sivelymassojen virtausominaisuuksien suhteen, koska niiden viskositeetit ovat korkeita.

Pigmentin virtaavuus on monien tekijöiden (dispergointimenetelmä, dispergointiaineen laatu ja määrä) funktio ja erityisesti pigmentin rakenneominaisuuksien ja raekoon jakaantumafunktio.

Kaoliinin lamellimaisen rakenteen vuoksi suurissa pigmenttikonsentraatioissa ei päästä alhaisiin viskositeetteihin. Tämä vaikeus tulee suuremmaksi, mitä suurempi on kaoliinihiukkasten pinta/paksuus-suhde. Sen vuoksi kaoliinia, kun sitä käytetään ainoana pigmenttinä, ei voida käyttää sivelymassassa yli 66 % konsentraatioissa, koska sillä on huono virtaavuus ja koska sen levityksessä terän alla esiintyy vaikeuksia. Lisäksi todettakoon, että kiillon parantaminen tällaisissa konsentraatioissa voidaan käytännöllisesti katsoen jättää pois ja että kaoliinilla tavallisissa konsentraatioissa (57 - 60 %) on käytännöllisesti katsoen antaa niin suuren kiillon kuin mahdollista.

Saostetulla kalsiumkarbonaatilla, jonka hiukkast ovat muodostuneet pienistä sauvoista, virtaavuus riippuu oleellisesti dispersiosta. Saostettua kalsiumkarbonaattia, joka paperinsivelymassoissa käyttöä varten on riittävän hienoa, ei saa dispergoida sivelymassaan konsentraatiossa, joka on suurempi kuin 60 % kuiva-ainetta.

Tilanne on toisenlainen luonnon kalsiumkarbonaatilla riippumatta sen laadusta (kalkkisälpä, liitu, marmori). Näiden pigmenttien romboedrakenne mahdollistaa suuren kuiva-ainekonsentraation vedessä. Ne jakaantuvat pienempiin vesimääriin verrattuna rakenteeltaan lamellimaiseen pigmenttiin (akaoliini) tai pigmenttiin, joka on pieninä sauvoina (saostettu karbonaatti), ja tarkemmin sanottuna vieläpä pienempään määrään dispergointiainetta.

Siten on mahdollista saavuttaa vedessä suhteellisen stabiileja pigmenttikonsentraatioita, jotka ovat suuruusluokkaa 75 - 78 %. Sivelymassoille on ehdottoman välttämätöntä, että luonnon kalsiumkarbonaatin vesipitoisilla suspensioilla päästään korkeaan kuiva-ainekonsentraatioon (76 %). Jotta saataisiin sivelymassa, jolla on minimaalinen 70 % kuiva-ainekonsentraatio (HCS-menetelmä), täytyy pigmenttisuspension kuiva-ainekonsentraation olla vähintään 76 %.

Vertailemalla tuloksia, jotka on saavutettu kahdella HCS-menetelmällä valmistetulla sivelymassalla, jotka sisälsivät ainoana pigmenttinä toisaalta kaoliinia ja toisaalta erittäin hienoa luonnon kalsiumkarbonaattia (hiukkasista 90 % pienempiä kuin 2  $\mu$ m), havaitaan karbonaatilla aina saatavan alhaisemman kiillon.

63614

Seuraavassa taulukossa 3 on verrattu kaloliinia ja kumpaakin ainoana pigmenttinä HCS-menetelmässä käytettyä luonnon kalsiumkarbonaattia.

Sivelymassa sisälsi 100 paino-osaa pigmenttiä kohti 14 paino-osaa styreeniakrylaatti-lateksia ja 0,5 paino-osaa dispergointiainetta, mutta sivelymassojen konsentraatiot olivat: 64 % kaoliinin tapauksessa (tämän pigmentin käytännössä suurin sallittu arvo) ja 70 % luonnon kalsiumkarbonaatin tapauksessa.

Taulukko 3

	Kaoliini		Kalsiumkarbonaatti			
A/ - <u>Pigmentin ja sivelymassojen ominaisuudet</u>						
% hiukkasista pienempiä kuin						
2 $\mu\text{m}$	75		90		70	
1 $\mu\text{m}$	55		52		28	
Pigmentti (paino-osaa sivelymassassa)						
kaoliini	100		0		0	
luonnon $\text{CaCO}_3$	0		100		100	
Sivelymassan konsentraatio (%)	58	64	58	70	58	70
B/ - <u>Sivellyn paperin ominaisuudet</u>						
Tappi-kiilto ( $75^\circ$ - $75^\circ$ ), % sen jälkeen, kun tasapainoitettu 50 % suhteellisessa ilmankosteudessa ja $+23^\circ\text{C}$ :ssa	51	53	31	45	24	37
superkalanteri: 10 valssia 200 m/min						
viivapaine 1470 N/cm						
valssin lämpötila, $60^\circ\text{C}$						
Tappi-painokiilto, % tasapainoittamisen jälkeen (kts. edellä)	67	68	55	62	45	50
levitysmäärä: $1,2 \text{ g/m}^2$ , punainen						

Sivellyn paperin kiillon suhteen osoittavat tunnetut menetelmät yhteensä siten, että

- 1) tavallisessa sivelymassassa (kuiva-aine 58 - 60 %) kaoliinilla saadaan paremmat tulokset kuin luonnon kalsiumkarbonaatilla tai muilla teollisilla pigmenteillä (satiinivalkoinen, saostettu kalsiumkarbonaatti, jne.) riippumatta pigmentin hienoudesta,
- 2) HCS-menetelmässä kaoliinin käyttö on rajoitettu alle 66 % konsentraatioihin ja tavallinen tai erittäin hieno kalsiumkarbonaatti (hiukkasista 90 % asti pienempiä kuin 2  $\mu\text{m}$ ) antaa huonompia tuloksia kuin mitä kaoliinilla saadaan HCS-menetelmässä.

Annetut, S R Dennison'in vetämät johtopäätökset näyttävät siten tulleen täysin vahvistetuksi riippumatta käytetystä päällystysmenetelmästä.

Patenttijulkaisusta DE-OS 28 08 425 tunnetaan jo mineraalitäyteaineita, joita haitoitta voidaan käyttää "high-solid-coatings"-massoissa. Näille mineraalitäyteaineille on tunnusomaista se, että ne työstetään hiukkaskoon mukaan jauhamalla tai lajittelemalla ja että ne eivät sisällä lainkaan, joka tapauksessa niin vähän kuin mahdollista, mutta enintään 15 painoprosenttia hiukkasia, joiden vastaava pallohalkaisija on pienempi kuin 0,2  $\mu\text{m}$ . Tässä patenttijulkaisussa DE-OS suositellaan mineraalitäyteaineeksi erityisesti saostettua kalsiumkarbonaattia, dolomiittia, kaoliinia, talkkia, bariumsulfaattia ja/tai kvartsia. Tämän DE-OS 28 08 425 julkaisun mukaan erityisen sopivia ovat täyteaineet, jotka eivät sisällä enempää kuin 8 painoprosenttia hiukkasia, joiden vastaava pallohalkaisija on pienempi kuin 0,2  $\mu\text{m}$ , joilla aineilla on yläjää, jonka vastaava pallohalkaisija on 2 - 3  $\mu\text{m}$ , ja jotka aineet sisältävät 80 - 95 painoprosenttia hiukkasia, joiden vastaava pallohalkaisija on pienempi kuin 1  $\mu\text{m}$ .

Oheisen keksinnön tavoitteena on saada aikaan täysin määrätty "high-solid-coating", jolla saadaan siveltyä paperia, jolla on erityisen suuri kiilto, nimittäin kiilto, joka on sama tai korkeampi kuin mitä voidaan saavuttaa sivelykaoliinilla.

Pitkien ja laajojen sarjakokeiden jälkeen on nyttemmin keksinnön mukaisesti todettu, että tähän tavoitteeseen yllättäen päästään sivellyn paperin sivelymassalla, jolla on korkea kuiva-ainekonsentraatio (high-solid-coating), ja joka sisältää ainoana pigmenttinä



tietyn osaskokojakauman omaavaa kalsiumkarbonaattia sekä sideaineena styreeniakrylaattilateksia, jolle on tunnusomaista se, että:

- a) kalsiumkarbonaatin konsentraatio vedessä on 79,3 painoprosenttia,
- b) kalsiumkarbonaatin pH vedessä on 9,5,
- c) kalsiumkarbonaatin granulometria on:
  - pienempien kuin 2  $\mu\text{m}$  hiukkasten määrä painoprosenteissa = 100
  - pienempien kuin 1  $\mu\text{m}$  hiukkasten määrä painoprosenteissa = 82,5
  - pienempien kuin 0,2  $\mu\text{m}$  hiukkasten määrä painoprosenteissa = 14
- d) sivelymassan konsentraatio on 72 painoprosenttia,
- e) se sisältää styreeniakrylaatti-lateksista muodostuvaa synteettistä sideainetta 12 paino-osaa laskettuna kuivana per 100 paino-osaa kalsiumkarbonaattia.

Keksinnön mukaisesti päästään tavoitteeseen myös sivellyn paperin sivelymassalla, jolle on tunnusomaista:

- a) se sisältää ainoana luonnon pigmenttinä luonnon karbonaattia,
- b) käytetyn kalsiumkarbonaatin konsentraatio vedessä on 79,3 painoprosenttia,
- c) kalsiumkarbonaatin pH vedessä on 9,5
- d) kalsiumkarbonaatin granulometriset ominaisuudet ovat:
  - yläjäe 2  $\mu\text{m}$
  - pienempien kuin 2  $\mu\text{m}$  hiukkasten määrä painoprosenteissa = 100
  - pienempien kuin 1  $\mu\text{m}$  hiukkasten määrä painoprosenteissa = 73
  - pienempien kuin 0,5  $\mu\text{m}$  hiukkasten määrä painoprosenteissa = 30
  - pienempien kuin 0,2  $\mu\text{m}$  hiukkasten määrä painoprosenteissa = 14
- e) sivelymassan konsentraatio on 72 painoprosenttia,
- f) kalsiumkarbonaatin ominaispinta-ala on 17  $\text{m}^2/\text{g}$ .

Luonnon kalsiumkarbonaatti, jota tulee käyttää keksinnön mukaisesti, voi olla alkuperältään erilaista, jolloin kummassakin lähtömassassa tulokset ovat oleellisesti identtiset. Kysymys voi esimerkiksi olla liidusta (kalkkipitoinen kokoliitti), kalkkisälvästä (kiteinen rakenne) tai valkoisesta marmorista, jollon kaikki nämä materiaalit on hajoitettu niin, että ne täyttävät annetut tuntomerkit. Samoin on tärkeää, että näiden materiaalien pienin  $\text{CaCO}_3$ -pitoisuus on yli 98,5 %, jotta mahdollisesti esiintyvät epäpuhtaudet eivät hait-

taisi tämän pigmentin vaikutusta.

Annetut perusmateriaalit voivat esiintyä kuivina, esimerkiksi jauheena, jolla on mainitut tuntomerkit ja joka ennen itse sivelymassan valmistusta tehdään vesipitoiseksi liuokseksi tavanomaisten aineiden avulla ja tavllaisten apuaineiden läsnäollessa.

Voidaan myös lähteä jo tunnetunlaatuista suspensioista, jotka on sakeutettu haihduttamalla HCS-menetelmässä tarvittun korkeamman konsentraation saavuttamiseksi.

Oheisen "high-solid-coating"-massan tärkeä etu on, että suuret energiasäästöt ovat mahdollisia kuivauksessa ja että sideainetta tarvitaan vähemmän. Mitä tulee kuivaukseen tarvittavaan energiaan, asiantila on niin, että jos sivelymassan 58 % konsentraatiosta siirrytään 72 % konsentraatioon, kuivauksessa säästetään lähes kolmasosa energiatarpeesta huopautuslaitteessa.

Mitä tulee sideaineen tarpeeseen, siihen vaikuttavat eri tekijät, esimerkiksi pigmentin raesuuruuden jakaantuma (granulometria) ja sideaineen tunkeutuminen siveltyyn paperiin. Mitä taas tulee pigmenttien päällystystämiseen, niin sideaineen tarve on yleisesti hiukkasten keskihalkaisijan funktio. Oheinen koostumus varmistaa hyvän virtauskyvyn ja mahdollisimman pienen sideaineen tarpeen.

Oheisen keksinnön mukainen, luonnon kalsiumkarbonaatin muodossa oleva ainoa pigmentti antaa paremmat ominaisuudet kuin kaoliini kosteuden uuton suhteen. Tämä osoittaa, että tällaisella karbonaatilla sideaineen tarve on pienempi kuin päällystyksessä käytetyllä kaoliinilla.

HCS-menetelmässä, jossa käytetään oheista koostumusta, on lopuksi sivelymassassa vähemmän vettä (enintään 30 %), jolloin nopeampi kuivuminen huomioonottaen sideaine tunkeutuu huonommin, mikä on hyväksikäsi sivellyn paperin painettavuudelle.

Oheista keksintöä havainnollistetaan lähemmin seuraavissa esimerkeissä, joissa osat ja prosenttimäärät tarkoittavat paino-osia ja vastaavasti painoprosentteja.

Esimerkki 1 (keksinnön mukainen).

Luonnon kalsiumkarbonaatin (liitu) vesipitoista suspensiota (liete), jonka kuiva-ainepitoisuus on 64 %, haihdutetaan kaksivaipmaisessa "Delisel"-haihduttimessa niin kauan, että pigmenttikonsentraatioksi saadaan 79,3 %. Lisätään 0,40 osaa akryylidispergointiainetta (per 100 osaa karbonaattia) ja homogenisoinnin jälkeen mitataan Brookfield-viskositeetti nopeudella 100 r/min. Viskositeetti on 850 mPas ja pH 9,5.

Tämän jälkeen lisätään styreeniakrylaatti-lateksista ("Latex Acronal S 360 D") muodostuvaa synteettistä sideainetta 12 paino-osaa (kuivana) per 100 paino-osaa kalsiumkarbonaattia ja tarpeen mukaan pienekkö määrä vettä niin, että sivelymassan lopulliseksi konsentraatioksi saadaan 72 %. Massan viskositeetti on 760 mPas.

Päällystäminen (sively) tapahtuu esimerkissä 2 kuvatuissa olosuhteissa määrän ollessa 16,8 g/m<sup>2</sup>. Tämän jälkeen määritetään saadun tuotteen kiilto.

Kiilloksi saadaan yllättäen 66 % (mitattu Tappi-menetelmällä, säteilyn tulo- ja lähtökulmat 75°, käytettiin "Gardner"-laitetta).

Ammattimiehet voivat ilman muuta valmistaa sivelymassan annetun koostumuksen avulla.

Sivellyn paperin valmistamiseen tarkoitettu oheinen sivelymassa valmistetaan esimerkiksi seuraavalla tavalla:

79,3-prosenttinen kalsiumkarbonaattiliete tuodaan pikasekoittimeen, minkä jälkeen lisätään (sirottelemalla) sakeutinta, esimerkiksi karboksimeytyyliselluloosaa, ja tämän jälkeen styreeniakrylaatti-sideainetta, mahdollisesti yhdessä optisen valkaisuaineen kanssa, ja lopuksi pH säädetään natriumhydroksidin tai ammoniumhydroksidin avulla arvoon 9,5. Sekoitetaan noin 10 minuuttia kierrosnopeudella 1300 r/min, jolloin saadaan sivelytahdas, jonka viskositeetti on 300 mPas.

Esimerkki 2 (vertailuesimerkki).

63614

100 paino-osasta kaoliinia ("Dinkie A") valmistetaan kuiva-ainepitoisuudeltaan 70-prosenttinen vesipitoinen suspensio, kun mukana on 0,22 osaa dispergointiainetta. pH-arvo nostetaan arvosta 6,8 arvoon 7,2 lisäämällä noin 2,5 ml soodaa per kg kaoliinia. Turbiinityyppisessä "Rainery"-pikasekoittimessa, 1300 r/min käsittelyn jälkeen suspension Brookfield-viskositeetti on 300 mPas, mitattu nopeudella 100 r/min.

Lisäksi lisätään 12 osaa "Acronal S 360 D"-lateksia, jolloin pigmenttipitoisuus laskee 65 %:iin, so. kaoliinisivelymassan rajakonsentraatioon. Massan viskositeetti on tällöin 550 mPas.

Tämän jälkeen päällystetään laahavalla veitsellä (Trailing-Blade") varustetulla "Keegan"-huopautuslaitteella, jolloin veitsen terä on 45° kulmassa päällystysvalssiin nähden. Paine säädetään siten, että saadaan 16,6 g/m<sup>2</sup> painoinen kerros. Tämän jälkeen sivelty paperi tasapainoitetaan 48 tuntia 20°C:ssa ja 65 % suhteellisessa ilmankosteudessa; tämän jälkeen johdetaan paperi viisi kertaa ympäristön lämpötilassa olevan kalanterin läpi viivapaineella 1325 N/cm.

Sen jälkeen, kun paperia on vielä pidetty 24 tuntia samoissa olosuhteissa kuin edellä, määritetään paperin kiilto fotovolttilaitteella 75° kulmassa. Annetut tulokset ovat kahden mittauksen keskiarvoja, kun toinen mittausta suoritettiin paperin pituussuunnassa ja toinen poikittaissuunnassa.

Saadut tulokset on esitetty seuraavassa taulukossa 4:

Taulukko 4

Pigmentti	Kaoliini	Oheinen kalsium-karbonaatti (liitu)
Pigmenttikonsentraatio vedessä, %	70	79,3
Pigmentin pH vedessä	6,8	9,5
Pigmentin granulometria:		
% hiukkasista < 2 $\mu\text{m}$	75	100
% hiukkasista < 1 $\mu\text{m}$		82,5
% hiukkasista < 0,2 $\mu\text{m}$		14
Sivelymassan konsentraatio, %	65	72
Sivellyn paperin kiilto, %	58,5	66

Taulukko osoittaa selvästi, että käytettäessä HCS-menetelmää oheinen koostumus, joka ainoana pigmenttinä sisältää luonnon kalsiumkarbonaattia, jonka raekoon jakaantuma (granulometria) vastaa keksintöä, antaa paremman kiillon kuin tavallinen kaoliini.

Analogisella tavalla valmistettiin muita keksinnön mukaisia sivelymassoja ja niiden kiilto määritettiin samalla tavoin ja sitä verrattiin kaoliinin. Tulokset on esitetty seuraavassa taulukossa 5.

Taulukko 5

Pigmentti	Kaoliini	Oheinen kalsium-karbonaatti (liitu)
Pigmentin konsentraatio vedessä, %	70	79,3
Pigmentin pH vedessä	6,8	9,5
Pigmentin granulometria: yläjäe, $\mu\text{m}$		2
% hiukkasista $< 2 \mu\text{m}$	75	100
% hiukkasista $< 1 \mu\text{m}$		73
% hiukkasista $< 0,5 \mu\text{m}$		30
% hiukkasista $< 0,2 \mu\text{m}$		14
Sivelymassan konsentraatio, %	65	72
Pigmentin ominaispinta-ala, $\text{m}^2/\text{g}$	17	17
Sivelymassan kiilto, %	58,5	63,5

Taulukko osoittaa selvästi, että käytettäessä HCS-menetelmää toinen keksinnön mukainen koostumus, joka ainoana pigmenttinä sisältää luonnon kalsiumkarbonaattia, jonka granulometria vastaa keksintöä, antaa paremman kiillon kuin tavallinen kaoliini.

• Patenttivaatimukset

1. Sivellyn paperin valmistamiseen tarkoitettu sivelymassa, jolla on korkea kuiva-ainekonsentraatio (high-solid-coating), ja joka sisältää ainoana pigmenttinä tietyn osaskokojakauman omaavaa kalsiumkarbonaattia sekä sideaineena styreeniakrylaatti-lateksia, t u n n e t t u siitä, että:

- a) kalsiumkarbonaatin konsentraatio vedessä on 79,3 painoprosenttia,
- b) kalsiumkarbonaatin pH vedessä on 9,5,
- c) kalsiumkarbonaatin granulometria on:
  - pienempien kuin 2  $\mu\text{m}$  hiukkasten määrä painoprosenteissa = 100
  - pienempien kuin 1  $\mu\text{m}$  hiukkasten määrä painoprosenteissa = 82,5
  - pienempien kuin 0,2  $\mu\text{m}$  hiukkasten määrä painoprosenteissa = 14
- d) sivelymassan konsentraatio on 72 painoprosenttia,
- e) se sisältää styreeniakrylaatti-lateksista muodostuvaa synteettistä sideainetta 12 paino-osaa laskettuna kuivana per 100 paino-osaa kalsiumkarbonaattia.

2. Sivellyn paperin valmistamiseen tarkoitettu sivelymassa, jolla on korkea kuiva-ainekonsentraatio (high-solid-coating), t u n n e t t u siitä, että

- a) se sisältää ainoana luonnon pigmenttinä luonnon karbonaattia,
- b) käytetyn kalsiumkarbonaatin konsentraatio vedessä on 79,3 painoprosenttia,
- c) kalsiumkarbonaatin pH vedessä on 9,5
- d) kalsiumkarbonaatin granulometriset ominaisuudet ovat:
  - yläjäe 2  $\mu\text{m}$
  - pienempien kuin 2  $\mu\text{m}$  hiukkasten määrä painoprosenteissa = 100
  - pienempien kuin 1  $\mu\text{m}$  hiukkasten määrä painoprosenteissa = 73
  - pienempien kuin 0,5  $\mu\text{m}$  hiukkasten määrä painoprosenteissa = 30
  - pienempien kuin 0,2  $\mu\text{m}$  hiukkasten määrä painoprosenteissa = 14
- e) sivelymassan konsentraatio on 72 painoprosenttia,
- f) kalsiumkarbonaatin ominaispinta-ala on 17  $\text{m}^2/\text{g}$ .

3. Patenttivaatimuksen 1 tai 2 mukainen sivelymassa, t u n n e t t u siitä, että luonnon kalsiumkarbonaattina käytetään liitua.

1. Bestrykningsmassa avsedd för framställning av bestruket papper, vilken har en hög torrämneskoncentration (high-solid-coating), och vilken som enda pigment innehåller kalciumkarbonat med en viss kornstorleksfördelning och som bindemedel styrenakrylatlatex, k ä n n e t e c k n a d därav, att:

- a) kalciumkarbonatets koncentration i vatten är 79,3 viktprocent,
- b) kalciumkarbonatets pH i vatten är 9,5,
- c) kalciumkarbonatets granulometri är:
  - mängden i viktprocent av partiklar mindre än  $2\text{ }\mu\text{m}$  = 100
  - mängden i viktprocent av partiklar mindre än  $1\text{ }\mu\text{m}$  = 82,5
  - mängden i viktprocent av partiklar mindre än  $0,2\text{ }\mu\text{m}$  = 14
- d) bestrykningsmassans koncentration är 72 viktprocent
- e) den innehåller av styrenakrylatlatex bestående syntetiskt bindemedel 12 viktdelar räknat torrt per 100 viktdelar kalciumkarbonat.

2. Bestrykningsmassa avsedd för framställning av bestruket papper, vilken har en hög torrämneskoncentration (high-solid-coating), k ä n n e t e c k n a d därav, att

- a) den som enda naturliga pigment innehåller naturligt karbonat,
- b) det använda kalciumkarbonatets koncentration i vatten är 79,3 viktprocent,
- c) kalciumkarbonatets pH i vatten är 9,5
- d) kalciumkarbonatets granulometriska egenskaper är:
  - översta fraktionen  $2\text{ }\mu\text{m}$
  - mängden i viktprocent av partiklar mindre än  $2\text{ }\mu\text{m}$  = 100
  - mängden i viktprocent av partiklar mindre än  $1\text{ }\mu\text{m}$  = 73
  - mängden i viktprocent av partiklar mindre än  $0,5\text{ }\mu\text{m}$  = 30
  - mängden i viktprocent av partiklar mindre än  $0,2\text{ }\mu\text{m}$  = 14
- e) bestrykningsmassans koncentration är 72 viktprocent
- f) kalciumkarbonatets specifika ytarea är  $17\text{ m}^2/\text{g}$ .

3. Bestrykningsmassa enligt patentkraven 1 eller 2, k ä n n e t e c k n a d därav, att som naturlig kalciumkarbonat används krita.

Viitejulkaisuja-Anförda publikationer

Patenttijulkaisuja:-Patentskrifter: Suomi-Minland(FI) 47 799 (D 21 H 1/22).  
USA(US) 3 578 493 (D 21 H 1/28).